

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 05317028
 PUBLICATION DATE : 03-12-93

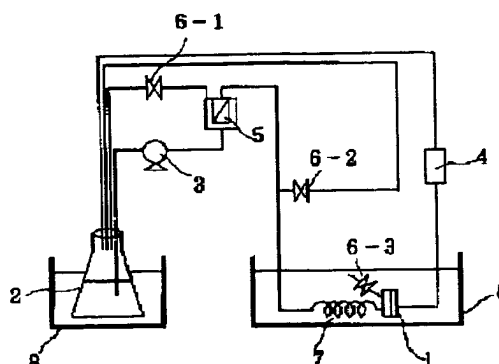
APPLICATION DATE : 18-05-92
 APPLICATION NUMBER : 04148914

APPLICANT : NIPPON MILLIPORE KOGYO KK;

INVENTOR : KOSUGI KIMIHIKO;

INT.CL. : C12H 1/00 B01D 39/16 B01D 41/04
 B01D 65/06

TITLE : METHOD FOR REGENERATING
 FILTER FOR FILTERING BEER



ABSTRACT : PURPOSE: To simply carry out the regeneration of a filter excellent in quality and regeneration efficiency without causing the corrosion of an apparatus or deterioration in a filter membrane by washing a specific filter with a prescribed solution of hydrogen peroxide.

CONSTITUTION: A filter 1 composed of a porous membrane made of a fluorine- based polymer such as polyvinylidene fluoride, used in a step for filtering beer and having 0.1-3.0 μ m pore size is washed with a 0.01-5wt.% solution of hydrogen peroxide to regenerate the filter 1 for filtering the beer. The pH in washing and regenerating the filter is preferably ≤ 7 .

COPYRIGHT: (C) JPO

009731151

WPI Acc No: 94-011001/199402

XRAM Acc No: C94-004476

Regeneration of filter for beer - using hydrogen peroxide soln.

Patent Assignee: NIHON MILLIPORE KOGYO KK (MIFI)
Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 5317028	A	19931203	JP 92148914	A	19920518	C12H-001/00	199402 B

Priority Applications (No Type Date): JP 92148914 A 19920518
Language, Pages: JP 5317028 (5)

Abstract (Basic): JP 5317028 A

Process comprises washing the filter with 0.01-5 (0.2-2) w/w% hydrogen peroxide soln. for regenerating the filter.

The filter is a fine porous plastic membrane pref. with pore size 0.1-3.0 microns. It is pref. made of fluorine-type polymer, polysulphone, polyethersulphone, polyethylene or polypropylene.

Pref. pH of washing soln. is below 7 and regenerating process is practised at 30-60 deg.C. Fluorine-type polymer is pref. polyvinylidene fluoride, polytetrafluoroethylene, etc. esp. hydrophilic polyvinylidene fluoride.

USE/ADVANTAGE - The membrane is used for filtering beer as final check filter. The process regenerates the filter with high efficiency without corrosion of the filtering appts. or deterioration of the membrane through an inexpensive, simple process. The method does not give harmful effect on the quality of the filtered beer.

Dwg.0/3

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-317028

(43)公開日 平成5年(1993)12月3日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 2 H 1/00				
B 0 1 D 39/16	C			
41/04				
65/06		8014-4D		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-148914

(22)出願日 平成4年(1992)5月18日

(71)出願人 390041450

日本ミリポア工業株式会社

山形県米沢市八幡原2丁目4736番地3

(72)発明者 小杉 公彦

神奈川県横浜市戸塚区戸塚町630 サンベ

ルテ戸塚E-101

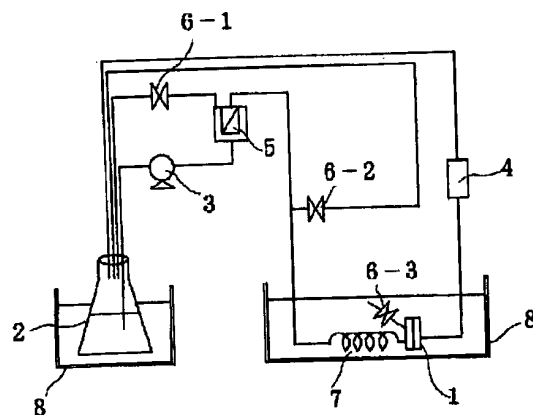
(74)代理人 弁理士 野崎 鎮也

(54)【発明の名称】 ビール濾過用フィルターの再生方法

(57)【要約】

【構成】 ビールの濾過工程で再生を要するまで使用されたプラスチック製微多孔膜からなるフィルターを0.01～5重量%の過酸化水素溶液で洗浄し、再生することを特徴とするビール濾過用フィルターの再生方法。

【効果】 本発明のビール濾過用フィルターの再生方法は、機器の腐蝕やフィルター膜の劣化がなく、工程が簡単で再生コストも低い割には再生効率が低い優れた方法である。そして本発明の再生方法が対象とするフィルターは酵母や有害微生物を除去する微多孔膜であるから、その再生フィルターで得られるビールには品質がよく、コスト(濾過コスト)も低いという利点がある。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ビールの濾過工程で使用されたプラスチック製微多孔膜からなるフィルターを0.01～5重量%の過酸化水素溶液で洗浄し、再生することの特徴とするビール濾過用フィルターの再生方法。

【請求項2】 プラスチック製微多孔膜がポアサイズ0.1～3.0 μ mのフッ素系ポリマー製微多孔膜である請求項1記載のビール濾過用フィルターの再生方法。

【請求項3】 洗浄・再生時のpHが7以下である請求項1又は2記載のビール濾過用フィルターの再生方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、ビールの濾過工程で用いられるプラスチック製微多孔膜フィルターを洗浄し、再生する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 熟成を終えたビールは珪藻土を用いたケーキ濾過もしくはレーヤー濾過で濁りや変質の原因となる種々の物質を一次的に濾過した後、さらに残存している酵母類、混濁物質及び有害な微生物等を二次、三次と除去した後、びん等の容器に詰めて出荷されている。その二次、三次の有害物除去の方法としては、従来から加熱殺菌法や保存剤の添加という方法もあったが、現在ではビールの品質を損うことがなく、取り扱いや運転方法が簡便で除去効率も高いプラスチック製微多孔膜からなるメンブレンフィルターが多用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、そのメンブレンフィルターにも、有害な微生物類を除去するためには極めて微小なポアサイズのものを用いる必要があるため、使用中目詰りが起こりやすく、継続的に濾過を行うためには適切な洗浄・再生を行わなければならないという問題点がある。

【0004】 そこで、従来該フィルターの洗浄・再生方法として、①加熱水を用いる方法、②次亜塩素酸塩を用いる方法（例えば特開平3-117475号公報参照）、③過酢酸と洗剤を用いる方法、④ β -グルカナゼ等の酵素を用いる方法等が実施もしくは提案されている。

【0005】 しかしながら、上記の①の方法は完全な再生が難しく効率もよくないという問題点があり、②の方法にも機器の腐蝕、ならびに再生効率が充分でないという問題点がある。又、③の方法は工程が複雑になり、酢酸臭の残存という問題点があり、④の方法にも効率不十分で再生コストが高くつくという問題点があり、いづれも満足いく方法ではなかった。本発明は上記従来法に比べ、より優れたビール濾過用フィルターの洗浄・再生方法を提供することを課題とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】 ビール濾過用フィルター

の洗浄・再生方法には、(イ)製造工程に用いられる配管・その他機器を腐蝕しないこと、(ロ)再生効率が高く且つ再生コストが低いこと、(ハ)ビールの品質(味、臭い等)に悪影響がなく、洗浄・再生処理後残留のない再生液を用い、残留の程度が容易に確認できること、(ニ)工程が簡単で処理時間が短いこと、(ホ)メンブレンフィルターの劣化が少ないこと、といった条件を満足する方法が望ましい。

【0007】 本発明者は当該(イ)～(ホ)の条件を満足する再生方法を鋭意研究した結果、特定濃度の過酸化水素溶液を用いることによって、上記課題を解決できることを見出し本発明に到達した。すなわち本発明は、ビールの濾過工程で使用されたプラスチック製微多孔膜からなるフィルターを0.01～5重量%の過酸化水素溶液で洗浄し、再生することの特徴とするビール濾過用フィルターの再生方法を提供するものである。以下本発明を詳細に説明する。

【0008】 本発明が再生の対象とするビール用濾過フィルターはビール製造工程における熟成工程の次に行う濾過工程のなかで、珪藻土等を用いる一次濾過の後に行う仕上げの二次、三次濾過のファイナルフィルターである。該フィルターの素材はフッ素系ポリマー、例えばポリフッ化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン等が好ましく、特に親水性のポリフッ化ビニリデン製のものがよい。なお、例えばポリエチレン、ポリプロピレン等の炭化水素系ポリマー製のものやポリスルホン製の素材も使用できる。

【0009】 又、上記フィルター素材の表面にポリアクリル酸誘導体、ポリメタクリル酸誘導体、ポリビニルアルコール誘導体等をコーティングしたものも使用できる。本発明で用いる微多孔膜フィルターのポアサイズは0.1～3.0 μ mがよく、0.2～1.2 μ mのものが好ましい。特に有害な微生物類を適確に除去するためには0.22～0.65 μ mのものが最も好ましい。

【0010】 本発明で再生するフィルターはメンブレンフィルターを支持体に取り付けたタイプのものであり、過酸化水素溶液に対して安定なものがよい。本発明の再生方法は、0.01～5重量%、好ましくは0.2～2重量%の過酸化水素溶液を用いて洗浄することによって行われる。この場合過酸化水素を溶解する溶媒は水が使用しやすく経済的で好ましい。

【0011】 洗浄・再生時のpHは7以下が好ましく、当該pH調整には塩酸、硝酸、硫酸等が好ましい。洗浄・再生温度は、室温以上でよいが、30～60℃が好ましい。洗浄・再生の方法としては、特に限定されないが1～24時間の浸漬及び/又は10～40分の循環濾過洗浄等によって行うことができる。又、再生のインターバルであるが、通常は毎日行うのがよいが、他の条件にあわせ定期的もしくは完全に目詰りした後に行うこともできる。

【0012】

【実施例】以下実施例で本発明を説明する。

【0013】実施例1

(1) ポアサイズ0.65 μ mのポリフッ化ビニリデン製のメンブレンフィルターを内装した直径47mm、有効濾過面積13.8cm²のディスクフィルターをバルブ操作によりエア抜きし、そこに1kg/cm²のN₂ガスで加圧された純水(0.22 μ mフィルター濾過水)を1分間流し濾過した。その水流量(ml/min)を測定しコントロール水量とする。

【0014】(2) 次に、(1)で使用したフィルターを図1に示す濾過装置にセットし、ビールの循環濾過による目詰り試験を行った。すなわち、(1)で用いたディスクフィルター1をセットし、エア抜きを行っておく。容器2に入れてある炭酸ガスを抜いたビール1リットルをポンプ3を用いて、流量計4を見ながら70ml/minの流量で該フィルター1で濾過する。濾過したビールは容器2に戻し圧力計5が1kg/cm²の差圧を示す(目詰り)まで循環濾過運転した。同じ試験を行うことにより、以下の再生試験用の1kg/cm²の差圧を示す目詰りディスクフィルターを調製した。

【0015】(3) 図2の装置により、(2)で調製した目詰りをしたディスクフィルターを用いて洗浄・再生

を行った。図2中の1は目詰りしたディスクフィルター、2は容器、3はポンプ、4は流量計、5はポリフッ化ビニリデン製フィルター(ポアサイズ0.2 μ m、濾過面積2000cm²)カートリッジ、6-1~6-3はバルブ、7は熱交換コイル、8はウォーターバス(浴温40℃)である。

【0016】6-1及び6-3のバルブ操作により系中及びフィルターのエア抜きをしておく。容器2の中には表1に示す各種濃度の過酸化水素(H₂O₂)水溶液がウォーターバス8で40℃に保温されている。このH₂O₂水溶液をポンプ3により5のフィルターカートリッジを通して濾過する。濾過済みH₂O₂水溶液をバルブ6-2と流量計4により10ml/minの流量に調整し、且つウォーターバス8及び熱交換コイル7で40℃に調温して表1に示す所定時間流すことにより目詰りしたフィルター1を洗浄・再生する。

【0017】次に、それらの再生フィルターを前記

(1)と同一の装置を用い同様にして純水(0.22 μ mフィルター濾過水)の流量を測定し、回復率を下記式により算出し、表1に示した。

【0018】

【数1】

$$\text{回復率(\%)} = \frac{\text{(3) 再生後水量(ml/min)}}{\text{(1) コントロール水量(ml/min)}} \times 100$$

【表1】

【0019】

H ₂ O ₂ 濃度%	時間(分)	回復率%
1.0	10	93
	20	100
	40	100
0.5	10	—
	20	—
	40	93
0.2	10	58
	20	84
	40	91
0	40	70

【0020】実施例2

実施例1と同一の装置を用い、同じ方法で目詰りと再生を表2に示す再生液を用いて、各3回繰り返し、それぞれの処理量(ビールの濾過量)及び回復率並びに3回の合計処理量を測定し表2に示した。なお、表中の処理量(%)は1回目の目詰りまでの処理量(ビール濾過量)

を100(%)とし、2、3回目の目詰りまでの処理量を該1回目の処理量に対するパーセントで表わした。又、回復率は前記(数1)の式で算出したものである。

【0021】

【表2】

再生液	40℃温水	0.5% H_2O_2 水	1% H_2O_2 水
1回目目詰りまでの処理量 (%)	100	100	100
再生後回復率 (%)	71	100	100
2回目目詰りまでの処理量 (%)	51	100	100
再生後回復率 (%)	61	89	99
3回目目詰りまでの処理量 (%)	16	42	100
再生後回復率 (%)	61	91	98
3回の合計処理量 (%)	167	242	300

【0022】実施例3

図3の装置により、酸性条件下での1% H_2O_2 水溶液に対するフィルターの耐薬品性を試験した。図3中の1は、ポリフッ化ビニリデン製のブリータイプのカートリッジフィルター（ポアサイズ0.65 μm 、有効濾過面積21000 cm^2 ）であり、2は40℃に保温された容器、3はポンプ、4は流量計、5は流量調整バルブ、6はエアイベントバルブである。

【0023】容器2中の40℃の1%塩酸性 H_2O_2 水溶液を、バルブ5でエア抜きしたフィルター1にポンプ3により流過させた。流量は5のバルブを流量計4で0.72 $ml/min \cdot cm^2$ （カートリッジに対して15L/min）にコントロールした。8時間毎にフィルターにトラブルが生じていないことを確認し、24時間後に運転を止めカートリッジを分解してフィルターの引張強さを測定した。

【0024】結果は、カートリッジは試験期間中、完全さを保持しており、フィルター膜の引張強さは、未使用フィルターが0.30 kgf/mm^2 であったのに対し、24時間試験後のフィルターは0.33 kgf/mm^2 を示し、洗浄による劣化はなく、耐薬品性は充分あることが確認された。

【0025】

【発明の効果】本発明のビール濾過用フィルターの再生方法は、機器の腐蝕やフィルター膜の劣化がなく、工程が簡単で再生コストも低い割には再生効率が高い優れた方法である。そして本発明の再生方法が対象とするフィ

ルターは酵母や有害微生物を除去する微多孔膜であるから、その再生フィルターで得られるビールには品質がよく、コスト（濾過コスト）も低いという利点がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】ビール循環濾過によるフィルターの目詰り試験装置の概略の構成を示す図。

【図2】フィルターの洗浄・再生試験装置の概略の構成を示す図。

【図3】フィルターの耐薬品性試験装置の概略の構成を示す図。

【符号の説明】

(図1, 2, 3共通)

- 1 フィルター
- 2 容器
- 3 ポンプ
- 4 流量計

(図1)

- 5 圧力計
- 6 バルブ

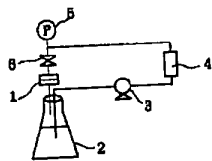
(図2)

- 5 0.2 μm フィルター
- 6-1~6-3 バルブ
- 7 熱交換コイル
- 8 ウォーターバス

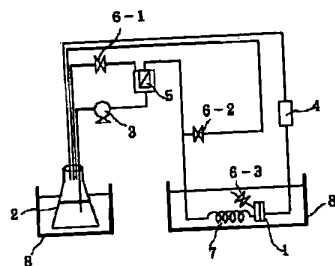
(図3)

- 5 流量調整バルブ
- 6 エアイベントバルブ

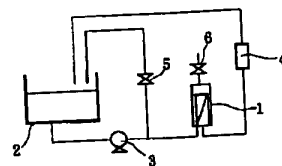
【図1】



【図2】



【図3】



【手続補正書】

【提出日】平成5年3月26日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項2

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項2】 プラスチック製微多孔膜がポアサイズ0.1～3.0 μ mのフッ素系ポリマー、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリエチレン、ポリプロピレンから選ばれたポリマーの微多孔膜である請求項1記載のビール濾過用フィルターの再生方法。